



AUSGEGEBEN AM
15. JUNI 1953

REICHSPATENTAMT

PATENTSCHRIFT

Nr. 764 488

KLASSE 120 GRUPPE 11

I 67450 IVd / 120

Nachträglich gedruckt durch das Deutsche Patentamt in München

(§ 20 des Ersten Gesetzes zur Änderung und Überleitung von Vorschriften
auf dem Gebiet des gewerblichen Rechtsschutzes vom 8. Juli 1949)

Dr. Friedrich Becke, Mannheim und Dr. Walter Flemming, Mannheim
sind als Erfinder genannt worden

I. G. Farbenindustrie A. G., Frankfurt/Main

Verfahren zum Reinigen von Adipinsäure und ihren Homologen

Patentiert im Deutschen Reich vom 17. Juli 1940 an
Patentreteilung bekanntgemacht am 18. Januar 1945

Die in steigendem Maße zur Herstellung der verschiedenenartigsten chemischen Erzeugnisse verwendeten Adipinsäuren müssen für manche Verwendungszwecke, z. B. für die Herstellung von Superpolyamiden, besonders rein sein. Hier machen sich jedoch unmeßbar kleine Verunreinigungen dadurch störend bemerkbar, daß sich die geschmolzenen Adipinsäuren und die aus ihnen erhaltenen Umsetzungserzeugnisse 10 dunkel verfärbten. Durch einfaches Umkristallisieren roher Adipinsäuren, insbesondere der durch katalytische Oxydation cycloaliphatischer Ketone hergestellten Adipinsäuren, aus Wasser lassen sich die Verunreinigungen nicht völlig beseitigen. Mehrfaches Umkristallisieren aus

Wasser, das schließlich zum Ziele führt, ist unwirtschaftlich und bedingt notwendigerweise Verluste an Adipinsäure.

Es wurde nun gefunden, daß sich Adipinsäure und ihre Homologen in einem Arbeitsgang vollständig von den die Dunkelfärbung verursachenden Verunreinigungen befreien lassen, wenn man die Säuren der bezeichneten Art, die die genannten Verunreinigungen enthalten, in etwa 5- bis 60%iger Salpetersäure durch 20 Erhitzen unter Druck auf oberhalb des Siedepunktes der verwendeten Salpetersäure bei gewöhnlichem Druck liegende Temperatur auflost und die organischen Säuren aus der erhaltenen Lösung auskristallisieren läßt. 25 30

Es ist bereits bekannt, daß sich Adipinsäure ¹ getrocknet, die bei 200° aus der Adipinsäure aus starkem Kochender Salpetersäure umkristallisierten führt. Im vorliegenden Falle wird aber unter Druck und bei höheren Temperaturen ⁵ gearbeitet. Erst dadurch werden die störenden Verunreinigungen entfernt.

Die zum Umkristallisieren verwendete Salpetersäure kann stark verdünnt, z. B. 5% bis ¹⁰ 15%ig sein; man kann aber auch stärkere, z. B. 50% bis 60%ige Salpetersäure verwenden. Die Lösungen werden in geschlossenen Gefäßen bei oberhalb des Siedepunktes der Salpetersäure unter normalem Druck liegenden Temperaturen, beispielsweise bei 150 bis 200°, hergestellt.

Die im nachstehenden Beispiel angegebenen Teile sind Gewichtsteile.

Beispiel

²⁰ 10 Teile einer roten, durch katalytische Oxydation von Cyclohexanon erhaltenen Adipinsäure, die sich bei längerem Erhitzen auf 200° braun verfärbt, werden 2 Stunden lang mit ²⁵ 10 Teilen 10%iger Salpetersäure in einem geschlossenen Gefäß auf 170° erhitzt. Man läßt die erhaltene Lösung, ohne das Gefäß zu öffnen, erkalten und filtriert die Adipinsäure ab. Sie wird mit wenig Wasser gewaschen und

getrocknet. Die bei 200° aus der Adipinsäure hergestellte Schmelze bleibt lange Zeit farblos. ³⁰

PATENTANSPRÜCHE

Verfahren zur Beseitigung solcher Verunreinigungen aus Adipinsäure und ihren Homologen, die eine Dunkelfärbung der geschmolzenen Säuren oder von deren Umsetzungserzeugnissen hervorrufen, dadurch gekennzeichnet, daß man die Säuren der bezeichneten Art, die die genannten Verunreinigungen enthalten, in etwa 5% bis ⁴⁰ 60%iger Salpetersäure durch Erhitzen unter Druck auf oberhalb des Siedepunktes der verwendeten Salpetersäure bei gewöhnlichem Druck liegende Temperatur auflöst und die organischen Säuren aus der erhaltenen Lösung auskristallisieren läßt.

Zur Abgrenzung des Erfindungsgegenstands vom Stand der Technik sind im Erteilungsverfahren folgende Druckschriften in Betracht gezogen worden:

Deutsche Patentschriften Nr. 473966, 567673, ⁵⁰
647625, 694193;

Berichte der deutschen chemischen Gesellschaft, Bd. 17 (1884), S. 2222. ⁵⁵